

MENU**SEARCH****INDEX****JAPANESE**

1 / 1

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN(11)Publication number : **04-223007**(43)Date of publication of application : **12.08.1992**

(51)Int.Cl.

**H01B 1/22
C08K 3/08
C08K 9/04
C08L 63/00
C09J163/00
H05K 1/09**(21)Application number : **02-418275**(71)Applicant : **SUMITOMO BAKELITE CO LTD**(22)Date of filing : **25.12.1990**(72)Inventor : **OKUBO HIKARI
MIZUNO MASUO
SUZUKI TAKASHI****(54) CONDUCTIVE RESIN PASTE FOR SEMICONDUCTOR****(57)Abstract:**

PURPOSE: To prevent change in viscosity and generation of gas by adding silver powder to an organic silicon halobun compound, or to hydrophobic super fine silica particles reacted with alcohol, in conductive resin paste for a semiconductor.

CONSTITUTION: Diglycidyl ether prepared by a reaction of flake-like silver powder having an average particle diameter of 3 μ m with bisphoenol A and epichlorohydrine, diluent glycyglycidyl ether, a phenol novolak resin, dicyandiamide, and hydrophobic super fine particle silica powder having a primary particle of an average particle diameter of about 12nm and with about 70% of a silanol group formed on the surface thereof treated with dimethyldichlorosilane are blended and kneaded, thereby obtaining conductive paste. By using the resultant conductive paste for bonding a semiconductor element to a metal frame such as copper and a 42 alloy, a ceramic substrate, glass epoxy or the like, it is possible to enhance thioxotropy and prevent any cobwebbing. Therefore, workability can be improved without a secular change, thus reducing generation of bleeding and gas in hardening.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

【物件名】

参考文献 1

参考文献 1

【添付書類】



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平4-223007

(43) 公開日 平成4年(1992)8月12日

(51) Int. Cl. ³	識別記号	序内整理番号	F I	技術表示箇所
H 0 1 B 1/22	A	7244-5G		
C 0 8 K 3/08	NKU	7167-4J		
		9/04		
C 0 8 L 63/00	NLD	8416-4J		
C 0 9 J 163/00	JPN	8416-4J		

審査請求 未請求 請求項の数1 (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平2-418275

(22) 出願日 平成2年(1990)12月26日

(71) 出願人 000002141

住友ベークライト株式会社
東京都千代田区内幸町1丁目2番2号

(72) 発明者 大久保 光

東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 住
友ベークライト株式会社内

(72) 発明者 水野 増雄

東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 住
友ベークライト株式会社内

(72) 発明者 鈴木 隆

東京都千代田区内幸町1丁目2番2号 住
友ベークライト株式会社内

(54) 【発明の名称】 半導体用導電性樹脂ペースト

(57) 【要約】

【構成】 Si (R) m (X) n, m+n=4

(R: メチル、エチル、ブチル、オクチル X: Cl,
Br, OCH₃, OH)

銀粉と常温で液体のエポキシ樹脂、硬化剤および一次粒子の平均粒径が2~50nmでかつ表面のシラノール基の50%以上と上式で示される化合物とを反応させた疎水性の導電性シリカを必須成分とし、該成分中に銀粉を60~80重量%、上記微粒子粉末を3重量%以下含有することからなる半導体用導電性樹脂ペースト。

【効果】 稠密度が高く、ペーストのたれや糸引き性等の作業性に優れている。

(2)

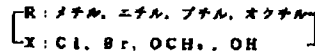
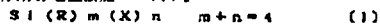
特開平4-223007

(2)

特開平4-223007

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 銀粉、(B) 常温で液状のエポキシ樹脂、(C) 硬化剤および(D) 一次粒子の平均粒径が2～50nmでかつ表面のシラノール基の50%以上と下記式(1)で示される有機珪素ハロゲン化合物あるいはアルコール類と反応させた疎水性の超微粒子シリカを必須成分とし、銀粉を60～80重量%、疎水性の超微粒子粉末を3重量%以下含有することを特徴とする半導体用導電性樹脂ペースト。



【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はIC、LSI等の半導体素子を金属フレーム等に接着する導電性樹脂ペーストに関するものである。

【0002】

【従来の技術】エレクトロニクス業界の最近の著しい発展により、トランジスター、IC、LSI、超LSIと進化してきており、これら半導体素子に於ける固着の信頼度が急激に増大すると共に大量生産が可能となり、これらを用いた半導体製品の普及に伴って、その量産に於ける作業性の向上並びにコストダウンが重要な問題となってきた。従来は半導体素子を金属フレームなどの導体にAu-Si共晶法により接合し、次いでハーメチックシールによって封止して、半導体製品とするのが普通であった。しかし量産時の作業性、コストの面より、樹脂封止法が開発され、現在、一般化されている。これに伴い、マウント工程に於けるAu-Si共晶法の改良としてハンダ材料や導電性樹脂ペースト即ちマウント用樹脂による方法が取り上げられるようになった。

【0003】しかし、ハンダ法では信頼性が低いこと、素子の電極の汚染を起こし易いこと等が欠点とされ、高熱伝導性を要するパワーランジスター、パワーICの素子に使用が限られている。これに対しマウント用樹脂はハンダ法に比べ、作業性に於いても信頼性等に於いても優れており、その需要が急激に増大している。

【0004】しかし反面、マウント用樹脂ペーストは、液状のエポキシ樹脂中に比重の大きい銀粉を分散させているため、銀粉の沈降等により、作業性の低下が生じることがあるが、この点に關して、従来樹脂ペーストに3重量%以下の超微粒子シリカ粉末を添加すれば粘度が小さくなる為、作業性の向上を期せるとともに、銀粉の沈降を抑制することも可能であった。

【0005】また添加する超微粒子シリカ粉末は非常に比表面積が大きく、その表面に反応性希釈剤等の比較的揮発しやすい成分を含有するので硬化時における樹脂分ののじみ出し即ちブリーディングや発生ガスによるチッ

ブ表面やリードフレーム等の基板の汚染を防止する効果も併せ持つ。

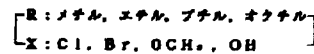
【0006】ところが使用する超微粒子シリカ粉末が何ら表面処理を施していない通常のシリカ粉末だと、表面のシラノール基が樹脂ペースト中の樹脂成分と徐々に水素結合を取りはじめ粘度、および粘度の低下が起こり作業性の低下につながっていた。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は作業性が良好でかつペーストの粘度変化がなくブリーディングや発生ガスの少ない半導体用導電性樹脂ペーストを提供するものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は(A) 銀粉、(B) 常温で液状のエポキシ樹脂、(C) 硬化剤および(D) 一次粒子の平均粒径が2～50nmでかつ表面のシラノール基の50%以上と下記式(1)で示される有機珪素ハロゲン化合物あるいはアルコール類と反応させた疎水性の超微粒子シリカを必須成分とし、銀粉を60～80重量%、疎水性の超微粒子粉末を3重量%以下含有することを特徴とする半導体用導電性樹脂ペーストである。



【0009】本発明に用いる銀粉としては、ハロゲンイオン、アルカリ金属イオン等のイオン性不純物の含量は好ましくは10ppm以下であることが望ましい。また粒径としてはフレーク状、樹枝状や球状等のものが用いられる。また比較的粗い銀粉と細かい銀粉とを混合して用いることもでき、形状についても各種のものを適宜混合してもよい。

【0010】本発明に用いるエポキシ樹脂としては、例えばビスフェノールA、ビスフェノールF、フェノールノボラックとエピクロルヒドリンとの反応で得られるジグリシジルエーテルで常温で液状のもの、ビニルシクロヘキセンジエポキシド、ジシクロペンタジエンジエポキシド、アリサイクリックジエポキシエーテルのような脂環式エポキシ、更にはα-ブチルグリシジルエーテル、パーサチック酸グリシジルエステル、スチレンオキサイド、フェニルグリシジルエーテル、クレジルグリシジルエーテル、ジシクロペンタジエンジエポキシドのような通常エポキシ樹脂の希釈剤として用いられるものがある。

【0011】本発明において導電性樹脂ペースト中の銀粉末含有量を60～80重量%とした理由は60重量%より少ないと硬化物の導電性が著しく低下してしまうからである。一方80重量%より多いとペーストの粘度が高くなり過ぎて実質上使用できなくなってしまう。

(3)

特開平4-223007

(3)

特開平4-223007

【0012】本発明に使用するシリカ粉末は一次粒子の平均粒径が2~50nmでかつ表面のシラノール基の50%以上と式(1)の化合物とを反応させた疎水性の超微粒子シリカ粉末である。また該ペーストは顔料と常温で液状のエポキシ樹脂と硬化剤および超微粒子シリカ粉末からなるなど超微粒子シリカ粉末を3重量%以下含有する。

【0013】一次粒子の平均粒径が50nmを超えると作業性の向上、あるいは樹脂の沈降防止等の期待する効果が現われない。2nm未満だとかさ密度が小さくなるため空気中に舞い易く秤量などの仕込みが困難であり、またペースト調製時においても均一に混練できず、固まりのまま残存しやすいため好ましくない。また表面の疎水化処理を施していないシリカ粉末では徐々に粘度、稠度度の低下が起これたれや糸引きの原因となり実用上非常に不都合である。

【0014】また超微粒子シリカ粉末は少量添加でも非常に効果があり3重量%を超えるとペーストの粘度が高くなりすぎるとともに導電性が著しく低下するので実用的でない。

【0015】本発明に用いる硬化剤は特に限定するものではないがフェノール樹脂系硬化剤とジシアジアミド、アジピン酸ヒドラジド等の潜在型アミン化合物の併用が好ましい。

【0016】更に本発明の樹脂組成物には必要に応じて硬化促進剤、顔料、染料、消泡剤等の添加剤を用いること。

稠度度 = (0.5rpmでの粘度) / (2.5rpmでの粘度)

【0021】ペーストのたれ

内径0.6mmのニードルをつけたシリンジにペーストを5ml入れ、ニードルを下にして試験管たてに垂直にたて30分後ニードルの先端にたれたペーストの重量を測定した。

【0022】糸引き性

導電性樹脂ペーストの中へ直径1mmφのピンを長さ5mmまで沈めて、それを300mm/分の速度で引き上げペーストが切れた時の高さを測定した。

【0023】体積抵抗率

スライドガラス上にペーストを幅4mm、厚さ30μmに塗布し200℃でオープン中で1時間硬化した後、硬化物の体積抵抗率を測定した。

発生ガス量 = $\frac{(\text{硬化前の重量}) - (\text{硬化後の重量})}{(\text{硬化前の重量})} \times 100$

【0026】実施例4

使用する超微粒子シリカ粉末として一次粒子の平均粒径が約12nmでかつ表面をオクチルトリメトキシシランで処理した疎水性の超微粒子シリカ粉末（以下微粒子シリカB）を用いた場合は実施例1~3と同様に導電性樹脂ペーストを作製し、評価した。結果を表1に示す。

【0027】比較例1~5

*とができる。本発明の製造方法は例えば各成分を予備混合し、三本ロールを用いて混練し、ペーストを得て真空下脱泡することなどがある。

【0017】以下に本発明を実施例で具体的に説明する。

【0018】

【実施例】実施例1~3

粒径1~50μmで平均粒径3μmのフレーク状樹脂とビスフェノールAとエピクロロヒドリンとの反応により得られるジグリシジルエーテル（エポキシ当量180で常温で液状、以下エポキシ樹脂）と硬化剤のクレジルグリシジルエーテルとフェノールノボラック樹脂（OH当量104、軟化点110℃）およびジシアジアミドならび一次粒子の平均粒径が約12nmでかつ表面のシラノール基の約70%をジメチルジクロロシランで処理した疎水性の超微粒子シリカ粉末（以下微粒子シリカA）を表1に示す割合で配合し、三本ロールで混練して導電性ペーストを得た。この導電性ペーストを真空チャンパーにて2mmHgで30分間脱泡した後、以下の方法により各種の性能を評価した。結果を表1に示す。

【0019】粘度
E型粘度計（3°コーン）を用い、25℃、2.5rpmで測定し粘度とした。

【0020】稠度度
上記粘度の測定と同様に25℃、0.5rpmでの値を測定し、次式により算出した値を稠度度とした。

※【0024】ブリード量

内径1mmのニードルをつけたシリンジにペーストを入れ、ディスペンサーにより細めきした銅フレーム上にペーストを塗布し、200℃のオープン中で1時間硬化する。硬化する前のペーストの中心から最長のペーストの端までをa、硬化後の最長のペーストの端までをbとしてブリード量を算出する。

$$\text{ブリード量} = \frac{b}{a}$$

【0025】発生ガス量

一定量（約1g）のペーストを薄手のスライドガラス（厚さ0.1mm）上に塗布し、硬化前後の重量変化から次式を用い、重量減少率として求めた。

発生ガス量 = $\frac{(\text{硬化前の重量}) - (\text{硬化後の重量})}{(\text{硬化前の重量})} \times 100$

表1に示す割合割合で実施例と全く同様にして導電性樹脂ペーストを得た。比較例5のシリカ粉末は一次粒子の平均粒径が約12nmで表面処理を施していない親水性の超微粒子シリカ粉末（以下微粒子シリカC）を用いた。評価結果を表1に示す。

【0028】

【表1】

(4)

特開平4-223007

(4)

特開平4-223007

5

6

表 1

項目	単位	実 験 例				比 較 例				
		1	2	3	4	1'	2	3	4	5
導電性樹脂 ペースト組成 (重量部)	シリカ	74	71	65	74	75	64	55	78	74
	シリカ	1	2.2	2.5	1		1	4.1	2.5	
	シリカ				1					1
	シリカ									
	シリカ									
導電性樹脂 ペースト組成 (重量部)	シリカ	10/3	12.1/4.1	15.5/6.5	15/5	15/5	10/3.7	8.2/3	12.5/4.5	15/5
	シリカ	5	2.8	3.9	3	3	2.8	1.8	2.7	
	シリカ	3	1.3	2.5	2	2	2.5	1.2	1.8	2
	シリカ									
	シリカ									
物 性	粘度 (mPa・s) (25℃)	800	300	900	500	250	100	200	500	100
	粘度 (mPa・s) (50℃)	270	220	220	200	217	101	200	500	220
	粘度 (mPa・s)	2.8	2.5	2.5	2.7	2.8	2.4	2.4	2.1	2.5
	ペーストの丸み (μm)	0.1以下	0.1以下	0.1以下	0.1以下	0.1以下	0.1以下	0.1以下	0.1以下	0.1以下
	赤外線透過率 (%)	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	赤外線透過率 (10 ⁻⁴ cm)	1	0.5	10	0.5	0	100以上	0.5	100以上	1
	赤外線透過率 (10 ⁻⁴ cm)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
	赤外線透過率 (10 ⁻⁴ cm)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
	赤外線透過率 (10 ⁻⁴ cm)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
	赤外線透過率 (10 ⁻⁴ cm)	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
総合評価		○	○	○	○	△	△	△	△	△

【0029】

【発明の動機】本発明の導電性樹脂ペーストは、4-2アロイ等の金属フレーム、セラミック基板、ガラスエポキシ等の有機基板へのIC等の半導体素子の接着に用いることができ、特に信頼度が高いためペーストのたれや

糸ひきといった問題もなく非常に作業性が良好であるとともに、疎水性の超微粒子シリカ粉末を用いることで作業性の経時変化がなくまた硬化時におけるブリーディングや発生ガスの少ない従来になかった高信頼性のマウント用導電性樹脂ペーストである。

【手続補正書】

【提出日】平成3年5月15日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正内容】

【書類名】明細書

【発明の名称】半導体用導電性樹脂ペースト

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 銀粉、(B) 常温で固状のエポキシ樹脂、(C) 硬化剤および (D) 一次粒子の平均粒径が2～50 nmでかつ表面のシラノール基の50%以上と下記式【1】で示される有機遷移金属ハロゲン化合物あるいはアルコール類と反応させた疎水性の超微粒子シリカ粉末を必須成分とし、銀粉を60～80重量%、疎水性の超微粒子シリカ粉末を3重量%以下含有することを特徴とする半導体用導電性樹脂ペースト、



R: メチル、エチル、ブチル、オクチル
X: Cl, Br, OCH₃, OH

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明はIC、LSI等の半導体素子を金属フレーム等に接着する導電性樹脂ペーストに関するものである。

【0002】

【従来の技術】エレクトロニクス業界の最近の著しい発展により、トランジスタ、IC、LSI、超LSIと進化してきており、これら半導体素子に於ける回路の集積度が急激に増大すると共に大量生産が可能となり、これらを用いた半導体製品の普及に伴って、その量産に於ける作業性の向上並びにコストダウンが重要な問題となってきた。従来は半導体素子を金属フレームなどの導体にAu-Si共晶法により接合し、次いでハーメチックシールによって封止して、半導体製品とするのが普通であった。しかし量産時の作業性、コストの面より、樹脂

(5)

特開平4-223007

(5)

特開平4-223007

封止法が開発され、現在は、一般化されている。これに伴い、マウント工程に於けるAルーS1共晶法の改良としてハンダ材料や導電性樹脂ペースト即ちマウント用樹脂による方法が取り上げられるようになった。

【0003】しかし、ハンダ法では信頼性が低いこと、素子の電極の汚染を起し易いこと等が欠点とされ、高熱伝導性を要するパワートランジスター、パワーICの素子に使用が限られている。これに対しマウント用樹脂はハンダ法に比べ、作業性に於いても信頼性に於いても優れており、その需要が急激に増大している。

【0004】しかし反面、マウント用樹脂ペーストは、液状のエポキシ樹脂中に比重の大きい樹脂を分散させているため、樹脂の沈降等により、作業性の低下がしばしば生じるが、この点に關して、従来樹脂ペーストに3重量%以下の超微粒子シリカ粉末を添加すれば信頼性が大きくなる為、作業性の向上を図れるとともに、樹脂の沈降を抑制することも可能であった。

【0005】また添加する超微粒子シリカ粉末は非常に比表面積が大きく、その表面に反応性希釈剤等の比較的分揮発しやすい成分を吸着するので硬化時における樹脂分ののびみ出し即ちブリーディングや発生ガスによるチップ表面やリードフレーム等の基板の汚染を防止する効果も併せ持つ。

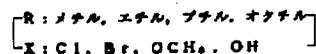
【0006】ところが使用する超微粒子シリカ粉末が何ら表面処理を施していない通常のシリカ粉末だと、表面のシラノール基が樹脂ペースト中の樹脂成分と徐々に水素結合を取りはじめ粘度、および粘度の低下が起こり作業性の低下につながっていた。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】本発明は作業性が良好でかつペーストの粘度変化がなくブリーディングや発生ガスの少ない半導体用導電性樹脂ペーストを提供するものである。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は(A) 樹脂、(B) 常温で液状のエポキシ樹脂、(C) 硬化剤および(D) 一次粒子の平均粒径が2~50nmでかつ表面のシラノール基の50%以上と下記式(1)で示される有機鎖素ハロゲン化合物あるいはアルコール類と反応させた疎水性の超微粒子シリカ粉末を必須成分とし、樹脂を60~80重量%、疎水性の超微粒子シリカ粉末を3重量%以下含有することからなる半導体用導電性樹脂ペーストである。



【0009】本発明に用いる樹脂としては、ハロゲンイオン、アルカリ金属イオン等のイオン性不純物の含量は

好ましくは10ppm以下であることが望ましい。また粒状としてはフレーク状、樹枝状や球状等のものが用いられる。また比較的に粗い樹脂と細かい樹脂とを混合して用いることもでき、形状についても各種のものを適宜混合してもよい。

【0010】本発明に用いるエポキシ樹脂としては、例えばビスフェノールA、ビスフェノールF、フェノールノボラックとエピクロルヒドリンとの反応で得られるジグリシジルエーテルで常温で液状のもの、ビニルシクロヘキセンジオキシド、ジシクロペンタジエンジオキシド、アリサイクリックジエポキシエーテルのような縮環式エポキシ、更にはn-ブチルグリシジルエーテル、パーサティック酸グリシジルエステル、ステレンオキサライド、フェニルグリシジルエーテル、クレジルグリシジルエーテル、ジシクロペンタジエンジオキシドのような通常エポキシ樹脂の希釈剤として用いられるものがある。

【0011】本発明において導電性樹脂ペースト中の樹脂粉末含有量を50~80重量%とした理由は60重量%より少ないと硬化物の導電性が著しく低下してしまうからである。一方80重量%より多いとペーストの粘度が高くなり過ぎて実用上使用できなくなってしまう。

【0012】本発明に使用するシリカ粉末は一次粒子の平均粒径が2~50nmでかつ表面のシラノール基の50%以上と式(1)の化合物とを反応させた疎水性の超微粒子シリカ粉末である。また該ペーストは樹脂と常温で液状のエポキシ樹脂と硬化剤および超微粒子シリカ粉末からなる組成物中に超微粒子シリカ粉末を3重量%以下含有する。

【0013】一次粒子の平均粒径が50nmを超えると作業性の向上、あるいは樹脂の沈降防止等の期待する効果が得れない。2nm未満だとかさ密度が小さくなるため空気中に舞い易く秤量などの仕込みが困難であり、またペースト乾燥時においても均一に乾燥できず、固まりのまま残存しやすいため好ましくない。また表面の疎水化処理を施していないシリカ粉末では徐々に粘度、粘度の低下が起こりたれや糸引きの原因となり実用上非常に不都合である。

【0014】また超微粒子シリカ粉末は少量添加でも非常に効果があり3重量%を超えるとペーストの粘度が高くなりすぎるとともに導電性が著しく低下するので実用的でない。

【0015】本発明に用いる硬化剤は特に限定するものではないがフェノール樹脂系硬化剤とジシアジアミド、アジピン酸ヒドラジド等の縮合型アミン化合物の併用が好ましい。

【0016】更に本発明の樹脂組成物には必要に応じて硬化促進剤、顔料、染料、消泡剤等の添加剤を用いることができる。本発明の製造方法は例えば各成分を予備混合し、三本ロールを用いて混練し、ペーストを得て真空

(6)

特開平4-223007

(6)

特開平4-223007

下脱泡することなどがある。

【0017】以下に本発明を実施例で具体的に説明する。

【0018】

【実施例】実施例1～3

粒径1～50 μ mで平均粒径3 μ mのフレーク状微粉とビスフェノールAとエピクロロヒドリンとの反応により得られるジグリシジルエーテル（エポキシ当量180で常温で液状、以下エポキシ樹脂）と希釈剤のクレジルグリシジルエーテルとフェノールノボラック樹脂（OH当量104、軟化点110℃）およびジシアジアミドならび一次粒子の平均粒径が約12nmでかつ表面のシラ

※粘度＝（0.5rpmでの粘度）／（2.5rpmでの粘度）

【0021】ペーストのたれ

内径0.6mmのニードルをつけたシリンジにペーストを5ml入れ、ニードルを下にして試験管たてに垂直にたて30分後ニードルの先端にたれたペーストの重量を測定した。

【0022】糸引き性

導電性樹脂ペーストの中へ直径1mm ϕ のピンを深さ5mmまで沈めて、それを300mm/分の速度で引き上げペーストが切れた時の高さを測定した。

【0023】体積抵抗率

スライドガラス上にペーストを幅4mm、厚さ30 μ mに塗布し200℃オープン中で1時間硬化した後、硬化物の体積抵抗率を測定した。

【0024】ブリード量

$$\text{発生ガス量} = \frac{\text{（硬化前の重量）} - \text{（硬化後の重量）}}{\text{（硬化前の重量）}} \times 100$$

【0026】実施例4

使用する超微粒子シリカ粉末として一次粒子の平均粒径が約12nmでかつ表面をオクチルトリメトキシシランで処理した疎水性の超微粒子シリカ粉末（以下微粒子シリカB）を用いた他は実施例1～3と同様にして導電性樹脂ペーストを作製し、評価した。結果を表1に示す。

【0027】比較例1～5

表1に示す配合割合で実施例と全く同様にして導電性樹

※ノール基の約70%をジメチルジクロシランで処理した疎水性の超微粒子シリカ粉末（以下微粒子シリカA）を表1に示す割合で配合し、三本ロールで混練して導電性ペーストを得た。この導電性ペーストを真空チャンバーにて2mmHgで30分間脱泡した後、以下の方法により各様の性能を評価した。結果を表1に示す。

【0019】粘度

E型粘度計（3°コーン）を用い、25℃、2.5rpmで測定し粘度とした。

【0020】温度度

上記粘度の測定と同様に25℃、0.5rpmでの値を測定し、次式により算出した値を温度度とした。

※内径1mmのニードルをつけたシリンジにペーストを入れ、ディスペンサーにより緩めつきした銅フレーム上にペーストを塗布し、200℃のオープン中で1時間硬化する。ペーストの中心から最長のペーストの端までをa、最長のブリードの端までをbとしてブリード量を算出する。

$$\text{ブリード量} = \frac{b}{a}$$

【0025】発生ガス量

一定量（約1g）のペーストを薄手のスライドガラス（厚さ0.1mm）上に塗布し、硬化前後の重量変化から次式を用い、重量減少率として求めた。

脂ペーストを得た。比較例5のシリカ粉末は一次粒子の平均粒径が約12nmで表面処理を施していない親水性の超微粒子シリカ粉末（以下微粒子シリカC）を用いた。評価結果を表1に示す。

【0028】

【表1】

(7)

特開平4-223007

(7)

特開平4-223007

項 目		実 施 例				比 較 例				
		1	2	3	4	1	2	3	4	5
導電性樹脂ペーストの組成 (重量部)	炭酸シリカ A	74	70	65	76	75	20	65	74	74
	炭酸シリカ B	1	2.2	2.5	1		1	6.2	2.3	
	炭酸シリカ C									1
	3-トリメチルシリルプロピルメタクリレート	15/5	11.5/4.4	10.5/4.5	15/5	15/5	26/1.7	2.2/2	11.6/4.5	15/5
性 質	フルーノールボラップ	3	2.5	2.5	3	3	6.6	1.8	6.7	
	シランクロライド	2	1.7	2.6	2	2	2.8	1.8	1.8	2
	粘度 (mPa·s) (25℃)	200	200	200	200	210	100	900	501	200
	粘度 (30秒) (Pa)	275	323	323	280	217	120	200	544	220
性 質	粘度 (25℃)	2.0	2.5	2.9	2.7	2.0	2.4	2.4	2.1	2.6
	ペーストのたれ (g)	0.15以下	0.15以下	0.15以下	0.15以下	20	0.15以下	0.15以下	0.15以下	0.15以下
	粘度 (25℃)	0	0	0	0	0	0	0	0	0
	粘度 (25℃)	1	0.9	10	0.8	0	1000以上	0.5	1000以上	1
性 質	揮発性 (×10 ⁻³ g/min)	0.00	0.04	0.02	0.00	0.00	0.04	0.06	0.06	0.06
	揮発性 (×10 ⁻³ g/min)	0.00	0.04	0.02	0.00	0.00	0.04	0.06	0.06	0.06
	揮発性 (×10 ⁻³ g/min)	0.00	0.04	0.02	0.00	0.00	0.04	0.06	0.06	0.06
	揮発性 (×10 ⁻³ g/min)	0.00	0.04	0.02	0.00	0.00	0.04	0.06	0.06	0.06
総合評価		○	○	○	○	×	×	×	×	×

【0029】

【発明の効果】本発明の導電性樹脂ペーストは銅、42アロイ等の金属フレーム、セラミック基板、ガラスエポキシ等の有機基板へのIC等の半導体素子の接着に用いることができ、特に温度変化が高いためペーストのたれや

垂れといった問題もなく非常に作業性が良好であるとともに、凍水性の超微粒子シリカ粉末を用いることで作業性の経時変化がなくまた硬化時にブリーディングや発生ガスの少ない従来になかった高信頼性のマウント用導電性樹脂ペーストである。

フロントページの続き

(51)Int. Cl.⁸

H05K 1/09

識別記号 庁内整理番号

D 8727-4E

F1

技術表示箇所